

特許協力条約に基づく国際出願  
願 書

出願人は、この国際出願が特許協力条約に従って処理されることを請求する。

国際出願番号	受理官庁記入欄
国際出願日	PCT
(受付印)	2010.04 受領印

出願人又は代理人の登録番号  
(併記する場合、最大12字) 04-F-050PCT

第I欄 発明の名称

コンビナトリアル成膜方法とその装置

第II欄 出願人

☐ この欄に記載した者は、発明者でもある。

氏名 (名称) 及びあて名: (姓・名の順に記載; 法人は公式の完全な名称を記載; あて名は郵便番号及び国名も記載)

独立行政法人物質・材料研究機構  
NATIONAL INSTITUTE FOR MATERIALS SCIENCE  
〒305-0047日本国茨城県つくば市千現1丁目2番1号  
2-1, Sengen 1-chome, Tsukuba-shi, Ibaraki 305-0047, JAPAN

電話番号:

029-860-4600

ファクシミリ番号:

029-851-3888

加入電信番号:

出願人登録番号:

国籍 (国名): 日本国 JAPAN

住所 (国名): 日本国 JAPAN

この欄に記載した者は、次の  
指定国についての出願人である:

☐ すべての指定国

☒ 米国を除くすべての指定国

☐ 米国のみ

☐ 追記欄に記載した指定国

第III欄 その他の出願人又は発明者

氏名 (名称) 及びあて名: (姓・名の順に記載; 法人は公式の完全な名称を記載; あて名は郵便番号及び国名も記載)

後藤 真宏 GOTO Masahiro  
〒305-0047日本国茨城県つくば市千現1丁目2番1号  
独立行政法人物質・材料研究機構内  
c/o NATIONAL INSTITUTE FOR MATERIALS SCIENCE  
2-1, Sengen 1-chome, Tsukuba-shi, Ibaraki 305-0047, JAPAN

この欄に記載した者は  
次に該当する:

☐ 出願人のみである。

☒ 出願人及び発明者である。

☐ 発明者のみである。  
(ここにレ印を付したときは、  
以下に記入しないこと)

出願人登録番号:

国籍 (国名): 日本国 JAPAN

住所 (国名): 日本国 JAPAN

この欄に記載した者は、次の  
指定国についての出願人である:

☐ すべての指定国

☐ 米国を除くすべての指定国

☒ 米国のみ

☐ 追記欄に記載した指定国

☒ その他の出願人又は発明者が従業に記載されている。

第IV欄 代理人又は共通の代表者、通知のあて名

次に記載された者は、国際機関において出願人のために行動する:

☒ 代理人

☐ 共通の代表者

氏名 (名称) 及びあて名: (姓・名の順に記載; 法人は公式の完全な名称を記載; あて名は郵便番号及び国名も記載)

9323 弁理士 西 澤 利 夫 NISHIZAWA Toshio  
〒107-0062 日本国東京都港区南青山6丁目11番1号  
スリーエフ南青山ビルディング7F  
Three F Minami Aoyama Bldg. 7F,  
11-1, Minami-Aoyama 6-chome, Minato-ku, Tokyo 107-0062, JAPAN

電話番号:

03-5778-0201

ファクシミリ番号:

03-5778-0202

加入電信番号:

代理人登録番号:

☐ 通知のためのあて名: 代理人又は共通の代表者が選任されておらず、上記枠内に特に通知が送付されるあて名を記載している場合は、レ印を付す。

## 第III欄の続き その他の出願人又は発明者:

この続表を使用しないときは、この用紙を願書に含めないこと。

氏名(名称)及びあて名:(姓・名の順に記載;法人は公式の完全な名称を記載;あて名は郵便番号及び国名も記載)

笠原 章 KASAHARA Akira

〒305-0047日本国茨城県つくば市千現1丁目2番1号

独立行政法人物質・材料研究機構内

c/o NATIONAL INSTITUTE FOR MATERIALS SCIENCE

2-1, Sengen 1-chome, Tsukuba-shi, Ibaraki 305-0047, JAPAN

この欄に記載した者は  
次に該当する:☐ 出願人のみである。☒ 出願人及び発明者である。☐ 発明者のみである。  
(ここにレ印を付したときは、  
以下に記入しないこと)

出願人登録番号:

国籍(国名): 日本国 JAPAN

住所(国名): 日本国 JAPAN

この欄に記載した者は、次の  
指定国についての出願人である:☐ すべての指定国☐ 米国を除くすべての指定国☒ 米国のみ☐ 追記欄に記載した指定国

氏名(名称)及びあて名:(姓・名の順に記載;法人は公式の完全な名称を記載;あて名は郵便番号及び国名も記載)

土佐 正弘 TOSA Masahiro

〒305-0047日本国茨城県つくば市千現1丁目2番1号

独立行政法人物質・材料研究機構内

c/o NATIONAL INSTITUTE FOR MATERIALS SCIENCE

2-1, Sengen 1-chome, Tsukuba-shi, Ibaraki 305-0047, JAPAN

この欄に記載した者は  
次に該当する:☐ 出願人のみである。☒ 出願人及び発明者である。☐ 発明者のみである。  
(ここにレ印を付したときは、  
以下に記入しないこと)

出願人登録番号:

国籍(国名): 日本国 JAPAN

住所(国名): 日本国 JAPAN

この欄に記載した者は、次の  
指定国についての出願人である:☐ すべての指定国☐ 米国を除くすべての指定国☒ 米国のみ☐ 追記欄に記載した指定国

氏名(名称)及びあて名:(姓・名の順に記載;法人は公式の完全な名称を記載;あて名は郵便番号及び国名も記載)

この欄に記載した者は  
次に該当する:☐ 出願人のみである。☐ 出願人及び発明者である。☐ 発明者のみである。  
(ここにレ印を付したときは、  
以下に記入しないこと)

出願人登録番号:

国籍(国名):

住所(国名):

この欄に記載した者は、次の  
指定国についての出願人である:☐ すべての指定国☐ 米国を除くすべての指定国☐ 米国のみ☐ 追記欄に記載した指定国

氏名(名称)及びあて名:(姓・名の順に記載;法人は公式の完全な名称を記載;あて名は郵便番号及び国名も記載)

この欄に記載した者は  
次に該当する:☐ 出願人のみである。☐ 出願人及び発明者である。☐ 発明者のみである。  
(ここにレ印を付したときは、  
以下に記入しないこと)

出願人登録番号:

国籍(国名):

住所(国名):

この欄に記載した者は、次の  
指定国についての出願人である:☐ すべての指定国☐ 米国を除くすべての指定国☐ 米国のみ☐ 追記欄に記載した指定国☐ その他の出願人又は発明者が他の続表に記載されている。

## 第V欄 国の指定

この願書を用いてされた国際出願は、規則4.9(a)に基づき、国際出願日に拘束される全てのPCT締約国を指定し、取得しうるあらゆる種類の保護を求め、及び該当する場合には広域と国内特許の両方を求める国際出願となる。

しかしながら、以下の国については指定をせず、その国の国内保護を求めない。

☐ DE ドイツについては指定をしない

☐ KR 韓国については指定をしない

☐ RU ロシアについては指定をしない

(上記のチェック欄は、それらの国々の国内法令に基づき、国際出願が主張する優先権主張の基礎となる先の国内出願の効果が消滅することを避けることを目的に、当該国の指定を除外するときに使用することができる。しかし、いったん除外した指定は、それを変更することはできない。これらの国及びそのような制度を有する国が持つ国内法令手続の結果に関しては、第V欄の備考を参照。)

## 第VI欄 優先権主張

以下の先の出願に基づく優先権を主張する：

先の出願日 (日、月、年)	先の出願番号	先の出願		
		国内出願：パリ条約同盟国又は WTO加盟国名	広域出願：*広域官庁名	国際出願：受理官庁名
(1) 10.05.04	特願 2004-139866	日本国 JAPAN		
(2)				
(3)				

☐ 他の優先権の主張(先の出願)が追記欄に記載されている。

上記の先の出願(ただし、本国際出願の受理官庁に対して出願されたものに限る)のうち、以下のものについて、出願書類の影印謄本を作成し国際事務局へ送付することを、受理官庁(日本国特許庁の長官)に対して請求する

☐ すべて ☐ 優先権(1) ☐ 優先権(2) ☐ 優先権(3) ☐ その他は追記欄参照

\*先の出願がARIPO出願である場合には、当該先の出願を行った工業所有権の保護のためのパリ条約同盟国若しくは世界貿易機関の加盟国の少なくとも1ヶ国を表示しなければならない(規則4.10(b)(ii))：.....

## 第VII欄 国際調査機関

国際調査機関(ISA)の選択(2以上の国際調査機関が国際調査を実施することが可能な場合、いずれかを選択し二文字コードを記載。)

ISA/J P

先の調査結果の利用請求：当該調査の照会(先の調査が、国際調査機関によって既に実施又は請求されている場合)

出願日(日、月、年)

出願番号

国名(又は広域官庁名)

## 第VIII欄 申立て

この出願は以下の申立てを含む。(下記の該当する欄をチェックし、右にそれぞれの申立てを記載)

申立て数

- ☐ 第VIII欄(i) 発明者の特定に関する申立て : \_\_\_\_\_
- ☐ 第VIII欄(ii) 出願し及び特許を与えられる国際出願日における出願人の資格に関する申立て : \_\_\_\_\_
- ☐ 第VIII欄(iii) 先の出願の優先権を主張する国際出願日における出願人の資格に関する申立て : \_\_\_\_\_
- ☐ 第VIII欄(iv) 発明者である旨の申立て(米園を指定国とする場合) : \_\_\_\_\_
- ☐ 第VIII欄(v) 不利にならない開示又は新規性喪失の例外に関する申立て : \_\_\_\_\_

## 第IX欄 照合欄：出願の言語

この国際出願は次のものを含む。

(a) 紙形式での枚数

願書(申立てを含む)..... 4 枚

明細書(配列表または配列表に関連するテーブルを除く)..... 12 枚

請求の範囲..... 3 枚

要約書..... 1 枚

図面..... 3 枚

小 計 23 枚

配列表..... 枚

配列表に関連するテーブル..... 枚

(いずれも、紙形式での出願の場合はその枚数  
コンピュータ読み取り可能な形式の書類を問わない。  
下記(C)参照)

合 計 23 枚

(b) ☐ コンピュータ読み取り可能な形式のみの  
(実施規則第 801 号(a)(i))(i) ☐ 配列表(ii) ☐ 配列表に関連するテーブル(c) ☐ コンピュータ読み取り可能な形式と同一の  
(実施規則第 801 号(a)(ii))(i) ☐ 配列表(ii) ☐ 配列表に関連するテーブル媒体の種類 (フロッピーディスク、CD-ROM、CD-R、その他)  
と枚数☐ 配列表.....☐ 配列表に関連するテーブル.....

(追加的写しは右欄9、(ii)または10(ii)に記載)

この国際出願には、以下にチェックしたものが添付されている。

1. ☒ 手数料計算用紙

数

1

☒ 納付する手数料に相当する特許印紙を貼付した書面

1

☐ 国際事務局の口座への振込を証明する書面2. ☐ 個別の委任状の原本3. ☐ 包括委任状の原本4. ☒ 包括委任状の写し (あれば包括委任状番号)

1

5. ☐ 記名押印(署名)の欠落についての説明書6. ☐ 優先権書類(上記第VI欄の( )の番号を記載する) :7. ☐ 国際出願の翻訳文(翻訳に使用した言語名を記載する) :8. ☐ 寄託した微生物又は他の生物材料に関する書面9. ☐ コンピュータ読み取り可能な配列表  
(媒体の種類と枚数も表示する)(i) ☐ 規則 18 の 3 に基づき提出する国際調査のための写し  
(国際出願の一部を構成しない)(ii) ☐ (左欄(b)(i)又は(c)(i)にレ印を付した場合のみ)

規則 13 の 3 に基づき提出する国際調査のための写しを含む追加的写し

(iii) ☐ 国際調査のための写しの同一性、又は左欄に記載した配列表を含む写しの同一性についての陳述書を添付10. ☐ コンピュータ読み取り可能な配列表に関連するテーブル  
(媒体の種類と枚数も表示する)(i) ☐ 実施規則第 802 号の 4 に基づき提出する国際調査のための写し  
(国際出願の一部を構成しない)(ii) ☐ (左欄(b)(ii)又は(c)(ii)にレ印を付した場合のみ)

実施規則第 802 号の 4 に基づき提出する国際調査のための写しを含む追加的写し

(iii) ☐ 国際調査のための写しの同一性、又は左欄に記載した配列表に関連したテーブルを含む写しの同一性についての陳述書を添付11. ☐ その他(書類名を具体的に記載) :

要約書とともに提示する図面 : 第1図

本国際出願の言語 : 日本語

## 第X欄 出願人、代理人又は共通の代表者の記名押印

各人の氏名(名称)を記載し、その次に押印する。

西 澤 利 夫



## 受理官庁記入欄

1. 国際出願として提出された書類の実際の受理の日

3. 国際出願として提出された書類を補充する書面又は図面であって  
その後期間内に受理されたものの実際の受理の日(訂正日)

4. 特許協力条約第11条(2)に基づき必要な補充の期間内の受理の日

5. 出願人により特定された  
国際調査機関 ISA/J P6. ☐ 調査手数料未払いにつき、国際調査機関に  
調査用写しを送付していない。

2. 図面

☐ 受理された☐ 不足図面がある

## 国際事務局記入欄

記録原本の受理の日 :

P C T

# 手数料計算用紙

願書付属書

受理官庁記入欄

国際出願番号

受理官庁の日付印

出願人又は代理人の書類記号

04-F-050PCT

出願人

独立行政法人物質・材料研究機構

## 所定の手数料の計算

1. 及び2. 特許協力条約に基づく国際出願に関する法律（国内法）  
第18条第1項第1号の規定による手数料（注1）  
（送付手数料[T]及び調査手数料[S]の合計）

110,000 円 T+S

3. 国際出願手数料（注2）

国際出願手数料

国際出願に含まれる用紙の枚数 23 枚

i1 最初の30枚まで.....

123,200 円 i1

i2  $\frac{\text{30枚を超える用紙の枚数}}{\text{用紙一枚の手数料}} =$

円 i2

i3 追加的部分（明細書の一部がコンピュータ読み取り可能な形式のみ  
の場合（第801号(a)(i)）又はコンピュータ読み取り可能な形式と  
紙形式の両方である場合（第801号(a)(ii)））

$\times \frac{\text{用紙一枚の手数料}}{\text{用紙一枚の手数料}} =$

円 i3

i1, i2 及び i3 に記入した金額を加算し、合計額を I に記入.....

123,200 円 I

4. 納付すべき手数料の合計

T+S 及び I に記入した金額を加算し、総額を合計に記入.....

233,200 円

合 計

（注1）送付手数料及び調査手数料については、合計金額を特許印紙をもって納付しなければならない。

（注2）国際出願手数料については、受理官庁である日本国特許庁の長官が告示する国際事務局の口座へ振込みを証明する書面を提出することにより納付しなければならない。なお、振込みを証明する書面は、日本国特許庁の長官が認めるときは、省略することができる。



送付手数料・調査手数料 110,000円

## 包 括 委 任 状

平成 16 年 6 月 17 日

私儀は、弁理士 西 澤 利 夫 氏 を代理人と定めて、下記の権限を委任します。

1. 特許協力条約に基づくすべての国際出願に関する一切の件
2. 上記出願及び指定国の指定を取下げる件
3. 上記出願についての国際予備審査の請求に関する一切の件並びに請求及び選択国の選択を取下げる件
4. 上記事項に関する復代理人の選任及び解任

住 所 茨城県つくば市千現 1 丁目 2 番 1 号  
名 称 独立行政法人物質・材料研究機構  
代表者 岸 輝 雄



# 明 細 書

## コンビナトリアル成膜方法とその装置

### 技術分野

この出願の発明は、コンビナトリアル成膜方法とその装置に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明は、様々なスパッタ成膜条件を精確に制御し、成膜条件の異なるコーティング膜を効率的に製造することができるコンビナトリアル成膜方法とその装置に関するものである。

### 背景技術

基板上への薄膜コーティングは、基板材料が本来有する優れた機能を増強したり、新たな機能を付加したり、さらには基板材料の長寿命化を図るなど、有力な材料開発手法の1つであり、工業的応用、生体応用、航空宇宙応用など幅広い分野で注目されつつある。このような薄膜コーティングにおいて、薄膜組成の探索については、既に、コンビナトリアル手法による成膜装置や、3元系相図に対応した薄膜を作製できるマスクング機構等が提案され（例えば、特許文献1参照）、所望のあるいは新規な特性を有する薄膜組成を効率的に見出すことができるようになってきている。

一方で、成膜条件の探索については、多数の成膜条件パラメータを少しずつ変化させた幾通りもの成膜条件による実験と評価が必要とされ、最良の条件を決定するためには膨大な手間と時間、さらには困難さを伴っていた。例えば、スパッタ法による薄膜コーティングにおいては、スパッタ材料の組成やその組み合わせに加え、例えば、スパッタガス圧力、ガス種、分圧、スパッタ電力値、基板温度、基板-ターゲット間距離、サンプルバイアス等といった多くの成膜条件パラメータにより、得られ



るコーティング膜の特性が大きく左右されてしまう。そのため、最良条件の決定には各成膜条件パラメータを変化させた実験が必要とされるのであるが、実際には、1種類もしくは2種類の成膜条件パラメータのみを変化させて実験について評価した場合がほとんどであり、得られるコーティング膜の諸特性について、成膜条件を最適化したとは言いがたいものであった。

特許文献1： 特開2004-035983号公報

しかしながら、上記の成膜条件パラメータを精確に制御した数多くの成膜条件で薄膜コーティングを行い、そのコーティング膜特性を評価すれば、コーティング膜の諸特性を最適なものとすることができる最良の成膜条件を決定することができる。そのため、これらのパラメータを精確かつ効率的に制御できる成膜手法と装置の実現が期待されている。

そこで、この出願の発明は、以上のとおりの事情に鑑みてなされたものであり、従来技術の問題点を解消し、スパッタコーティング等における多くの成膜条件パラメータを精確に制御することができ、かつそれらを少しずつ変化させながら、成膜条件の異なるコーティング膜を多種類、しかも効率的に製造する手法と、その装置を提供することを課題としている。このようなコンビナトリアル的な成膜を実現することにより、コーティング膜の諸特性（摩擦特性、電気伝導性、光特性、熱特性など）の最適条件を容易に決定することが可能となり、新規な材料の開発に極めて有用となる。

## 発明の開示

この出願の発明は、上記の課題を解決するものとして、まず第1には、真空中に配置された基板に薄膜コーティングする方法において、2つ以上の基板を成膜位置または冷却位置に移動可能とし、1回の真空排気プロセスで、冷却位置の基板は冷却機構により冷却した状態で、コーティング対象基板のみを順次成膜位置に移動し、成膜することを特徴とする

コンビナトリアル成膜方法を提供する。

そして、この出願の発明は、上記の発明において、第2には、2つ以上の基板に対し、基板ごとに成膜条件を変化させて成膜することを特徴とするコンビナトリアル成膜方法を、第3には、2つ以上の基板は、回転機構により成膜位置または冷却位置に移動可能としていることを特徴とするコンビナトリアル成膜方法を、第4には、水冷または液体窒素冷却による冷却機構とすることを特徴とするコンビナトリアル成膜方法を、第5には、スパッタ法による成膜であって、1回の真空排気プロセスで、基板ごとに、スパッタガス圧力、スパッタガス種、分圧、スパッタパワー値、基板温度、基板ターゲット間距離、サンプルバイアスのうちのいずれか1以上の成膜条件を変化させて成膜することを特徴とするコンビナトリアル成膜方法を提供する。

さらに、この出願の発明は、第6には、真空中に配置された基板に薄膜コーティングするための装置であって、試料ホルダーは2つ以上の基板を保持可能で、かつ各基板を成膜位置または冷却位置に移動可能であって、1回の真空排気プロセスで、冷却位置の基板を冷却機構により冷却した状態で、コーティング対象基板のみを順次成膜位置に移動し、成膜することを特徴とするコンビナトリアル成膜装置を提供する。

また、この出願の発明は、上記の発明について、第7には、2つ以上の基板に対し、基板ごとに成膜条件を変化させて成膜することを特徴とするコンビナトリアル成膜装置を、第8には、2つ以上の基板は、回転機構により成膜位置または冷却位置に移動可能であることを特徴とするコンビナトリアル成膜装置を、第9には、成膜位置の基板を1000℃以上に加熱した場合であっても、冷却位置の基板は温度上昇の影響を100K以内に抑制可能とされていることを特徴とするコンビナトリアル成膜装置を、第10には、水冷または液体窒素冷却による冷却機構であることを特徴とするコンビナトリアル成膜装置を、第11には、スパッタ法による成膜のための装置であって、1回の真空排気プロセス

で、2つ以上の基板に対して基板ごとに、スパッタガス圧力、スパッタガス種、分圧、スパッタパワー値、基板温度、基板－ターゲット間距離、サンプルバイアスのうちのいずれか1以上の成膜条件を変化させての成膜を可能とすることを特徴とするコンビナトリアル成膜装置を、第12には、そのスパッタガス圧を制御するためのバルブが、設定値になるようコンダクタンスを変化させるフィードバック機能が備えられていることを特徴とするコンビナトリアル成膜装置を、第13には、その基板－ターゲット間距離が、直線導入機構により制御可能とされていることを特徴とするコンビナトリアル成膜装置を、第14には、真空排気機構として、ターボ分子ポンプが備えられていることを特徴とするコンビナトリアル成膜装置を、第15には、鈴木式摩擦摩耗試験のための基板が装着可能であることを特徴とするコンビナトリアル成膜装置を、第16には、試料ホルダーもしくはスパッタ源の位置が可変であって、冷却機構により冷却された基板に対して成膜可能とすることを特徴とするコンビナトリアル成膜装置を提供する。

加えて、この出願の発明は、第17には、2つ以上の試料を保持可能な回転機構を備えた試料ホルダーであって、非対象試料は冷却位置にて冷却機構により冷却し、対象試料のみを成膜位置にて温度制御可能とすることを特徴とする試料ホルダーや、第18には、成膜位置の基板を1000℃以上に加熱した場合であっても、冷却位置の基板は温度上昇の影響を100K以内に抑制可能とされていることを特徴とする試料ホルダー、第19には、冷却機構は、水冷または液体窒素冷却によるものであることを特徴とする試料ホルダーをも提供する。

#### 図面の簡単な説明

図1は、この出願の発明のコンビナトリアルコーティング装置の構成の概略を模式的に例示した図である。

図2は、この出願の発明のコンビナトリアルコーティング装置により

基板温度を変化させて成膜した薄膜の摩擦係数の変化の様子を例示した図である。

図3は、この出願の発明のコンビナトリアルコーティング装置により酸素分圧を変化させて成膜した薄膜の摩擦係数の変化の様子を例示した図である。

なお、図中の符号は次のものを示す。

- 1    チャンバー
- 2    試料ホルダー
- 3    スパッタ源
- 4    排気系
- 5    不活性ガス供給口
- 6    反応ガス供給口
- 7    ヒーター
- 8    冷却機構
- 9    バルブ
- 11   ビューポート
- 21   基板

#### 発明を実施するための最良の形態

この出願の発明は上記のとおりの特徴をもつものであるが、以下にその実施の形態について説明する。なによりも特徴的なことは、この出願の発明においては、1回の真空排気プロセスで、様々な成膜条件での成膜を可能としていることである。そして、たとえば、多くの成膜条件を少しずつ変化させるコンビナトリアル的手法による成膜を、精確かつ簡便に実現することができる。

すなわち、この出願の発明のコンビナトリアル成膜方法は、真空中に配置された基板に薄膜コーティングする方法において、2つ以上の基板を成膜位置または冷却位置に移動可能とし、1回の真空排気プロセスで、

冷却位置の基板は冷却機構により冷却した状態で、コーティング対象基板のみを順次成膜位置に移動し、成膜することを特徴としている。

この出願のコンビナトリアル成膜方法が対象とする、真空中に配置された基板に薄膜コーティングする方法としては、たとえば、各種のスパッタリング法や真空蒸着法等の物理的蒸着法（PVD）や、熱分解反応や反応蒸着法、化学輸送法等の各種の化学的蒸着法（CVD）等の公知の各種の成膜方法を例示することができる。より具体的には、たとえば、マグネトロンスパッタ法や、分子線エピタキシャル成長法、パルスレーザー蒸着法等も対象とすることができる。

また、この出願のコンビナトリアル成膜方法においては、2つ以上の基板に対して成膜を行うために、それぞれの基板を成膜位置または冷却位置に移動可能とする。そして、1回の真空排気プロセスで、冷却位置の基板は冷却機構により冷却した状態で、コーティング対象基板のみを順次成膜位置に移動し、成膜するようにする。基板の数については特に制限はなく、基板の大きさや、成膜のための装置の大きさ、成膜条件の数等を考慮して、適宜に決定することができる。これら2つ以上の基板の移動手段としては、特に制限されることはなく、各種の機構および構成のものを考慮することができる。たとえば、ターンテーブル等の回転機構による移動手段や、ベルトコンベア型の移動手段、さらには昇降機能を備えた移動手段等を例示することができる。また、冷却機構についても特に制限はなく、例えば、液体窒素、液体ヘリウム、水等の冷媒を利用した冷却等を例示することができる。なかでも、この出願の発明においては、水を循環させた水冷や、液体窒素冷却による冷却機構とすることが簡便で好ましい例として示される。

そして、成膜位置の基板については、成膜条件に応じて、基板温度を制御することができる。具体的には、たとえば基板を加熱して成膜したり、基板を加熱せずに成膜したり、さらには、基板を冷却しながら成膜することなども可能である。

このように、コーティング対象基板のみに順次成膜し、その間残りの基板は冷却しておくことで、1回の真空排気プロセスにおいて、2つ以上の複数の基板に対して成膜ができる。そして、この成膜においては、基板ごとに成膜条件を変化させることができる。すなわち、1回の真空排気プロセスにおいて、多くの成膜条件を少しずつ変化させるコンビナトリアル的手法による成膜を実現することができる。

より具体的に、例えば、スパッタ法による成膜に関して、この出願の発明のコンビナトリアル成膜方法では、1回の真空排気プロセスで、複数の基板に対して、基板ごとに、スパッタガス圧力、スパッタガス種、分圧、スパッタパワー値、基板温度、基板－ターゲット間距離、サンプルバイアスのうちのいずれか1以上の成膜条件を変化させて成膜することができるのである。

以上のようなコンビナトリアル成膜方法は、たとえば、この出願の発明が提供するコンビナトリアル成膜装置によって簡便に実現することができる。すなわち、この出願の発明のコンビナトリアル成膜装置は、真空中に配置された基板に薄膜コーティングするための装置であって、試料ホルダーは2つ以上の基板を保持可能で、かつ各基板を成膜位置または冷却位置に移動可能であって、1回の真空排気プロセスで、冷却位置の基板を冷却機構により冷却した状態で、コーティング対象基板のみを順次成膜位置に移動し、成膜することを特徴としている。

この出願の発明のコンビナトリアル成膜装置は、その構成については対象とする各種の薄膜コーティング方法に応じて公知の各種の装置と同様にすることができ、試料ホルダーについて特徴的なものとすることができる。この試料ホルダーは、2つ以上の基板を保持可能であって、かつ各基板を成膜位置または冷却位置に移動可能としている。保持できる基板の数については特に制限はなく、基板の大きさや、成膜のための装置の大きさ、成膜条件の数等を考慮して、適宜に決定することができる。基板等の条件に応じて、試料ホルダーを取替え可能とすることなど

も可能である。2つ以上の基板の移動手段としては、特に制限されることはなく、各種の機構および構成のものを考慮することができる。たとえば、ターンテーブル等の回転機構による移動手段や、ベルトコンベア型の移動手段、さらには昇降機能を備えた移動手段等を例示することができる。この出願の発明においては、2つ以上の基板は、回転機構により成膜位置または冷却位置に移動可能とすることが、簡便で好ましい例として示される。また、冷却機構についても特に制限はなく、例えば、液体窒素、液体ヘリウム、水等の冷媒を利用した冷却等を例示することができる。この出願の発明においては、水を循環させた水冷や、液体窒素冷却による冷却機構とすることが簡便で好ましい例として示される。

そこで、例えば、この出願の発明が提供する試料ホルダーは、2つ以上の試料を保持可能な回転機構を備えた試料ホルダーであって、非対象試料は冷却位置にて冷却機構により冷却し、対象試料のみを成膜位置にて温度制御可能とすることを特徴としている。より具体的には、たとえば、図1に例示したように、試料ホルダー(2)はターンテーブルによる基板(21)の移動手段を備えており、基板(21)はターンテーブル上に略円形に配置されている。そして、成膜位置近傍には、たとえば加熱のためのヒーター(7)等が、その他の冷却位置近傍には冷却のための水冷管による水冷機構(8)が配設されており、冷却位置にある基板(21)を冷却した状態で、成膜位置にある基板(21)を所望の成膜温度に温度制御し、成膜することができる。この構成によると、たとえば、成膜位置の基板(21)を1000℃以上に加熱した場合であっても、冷却位置の基板(21)は温度上昇の影響を100K以内に抑制しておくことができる。また、基板(21)はターンテーブルを回転させることにより、成膜位置と水冷位置とで移動可能とされるため、成膜位置に移動された成膜対象基板(21)にのみ順次成膜することができる。そして、基板(21)ごとに成膜条件を変化させて成膜することができる。したがって、この出願の発明の試料ホルダー(2)により、各

種の薄膜コーティング方法においてコンビナトリアル的手法により成膜を行うことが可能となる。

そしてたとえば、この出願の発明が提供するコンビナトリアル成膜装置は、スパッタ法による成膜のための装置であって、1回の真空排気プロセスで、2つ以上の基板に対して基板ごとに、スパッタガス圧力、スパッタガス種、分圧、スパッタパワー値、基板温度、基板-ターゲット間距離、サンプルバイアスのうちのいずれか1以上の成膜条件を変化させての成膜を可能としている。スパッタ法による成膜装置としては、代表的には、たとえば図1に例示したように、チャンバー(1)内に試料ホルダー(2)およびスパッタ源(3)が設置され、真空排気機構(4)、不活性ガスおよび反応ガス等の供給口(5)(6)等が備えられたものなどを例示することができる。そして、このようなコンビナトリアル成膜装置においては、スパッタガス圧を制御するためのバルブ(9)は、設定値になるようコンダクタンスを変化させるフィードバック機能を備えることができ、スパッタガス圧を精確かつ再現性良く設定することが可能となる。また、基板(21)-ターゲット間距離は、スパッタ源(3)の直線導入機構により制御可能とすることができる。さらに、真空排気機構(4)として、ターボ分子ポンプ等を備えることで、たとえば、装置内の真空系をより短時間で $10^{-5}$ Pa台程度の超高真空を実現することができる。そして、試料ホルダー(2)については、鈴木式摩擦摩耗試験のための基板(21)を装着可能とすることで、得られたコーティング薄膜の各種性能評価をより簡便に行うことができる。

さらにこの出願の発明のコンビナトリアル成膜装置は、試料ホルダー(2)もしくはスパッタ源(3)の位置が可変であって、冷却機構(8)により冷却された基板(21)に対して成膜可能とすることを特徴としている。すなわち、たとえば、成膜位置を冷却機構(8)近傍に設定し、試料ホルダー(2)もしくはスパッタ源(3)の位置を変えることで、成膜対象基板(21)を冷却しながら成膜することも可能となる。



以上のこの出願の発明により、たとえば、様々な成膜条件を少しずつ変化させることで、結晶性および結晶配向性等の性質の異なるコーティング薄膜を多様にしかも効率的に製造することが可能となる。そして、得られた各種コーティングの摩擦特性、電気伝導性、光特性、熱特性等の諸特性を評価することで、より簡便かつ確実に、多くの成膜条件パラメータの最適化を図ることが可能であり、新規機能性コーティング膜開発の可能性が格段に拡張されることになる。

以下、この出願の発明の実施の形態についてさらに詳しく説明する。もちろん、この発明は以下の例に限定されるものではなく、細部については様々な態様が可能であることは言うまでもない。

#### 実施例

図1は、この出願の発明のコンビナトリアルコーティング装置の一例の構成概略を模式的に示した図である。このコンビナトリアルコーティング装置は、マグネトロンスパッタ法による成膜装置を例示したものであって、メインチャンバー(1)と、メインチャンバー(1)内に設置されたマルチ試料ホルダー(2)およびスパッタ源(3)、メインチャンバー(1)に接続される真空排気系(4)、不活性ガス供給口(5)および反応ガス供給口(6)等から構成されている。メインチャンバー(1)前面には、ICF305サイズのビューポート(11)が設けられ、効率よくマルチ試料ホルダー(2)の出し入れを行うことができる。スパッタガン(3)は、直線導入機構(図示せず)を用いてその位置を変化させることが可能であり、成膜対象の基板(21)とターゲット間の距離を制御することができる。真空排気系(4)は600 l/sの排気量を持つターボ分子ポンプを備え、短時間で $10^{-5}$  Pa台の真空排気を行うことが可能とされている。メインチャンバー(1)と真空排気系(4)を連絡するバルブ(9)は、コンダクタンスを変化させてフィードバック制御を行って設定した圧力になるよう開閉を制御することが

でき、これによりスパッタガス圧力の精確な設定を再現性良く行うことができる。

マルチ試料ホルダー（２）には、複数枚、図１の場合では１４枚の基板（２１）を装着することができ、成膜対象の基板（２１）をヒーター（７）近傍の成膜位置に、残りの１３枚の基板（２１）を水冷による冷却機構（８）近傍の冷却位置に、回転機構により回転させて順次移動させることができる。そして、成膜対象基板（２１）がヒーター（７）により約１０００℃まで加熱された場合であっても、他の１３枚のサンプルは冷却機構（８）により冷却されることで温度上昇の影響を１００Ｋ以内に抑制することができ、成膜対象基板（２１）にのみ成膜することができる。このような構成により、１つの基板（２１）ごとに成膜条件を精確に変化させて成膜することができ、一度の真空排気プロセスで、例えば１４通りの成膜条件で成膜することが可能となる。このマルチ試料ホルダー（２）には、鈴木式摩擦摩耗試験用の基板も装着することが可能なため、本装置により成膜されたコーティング膜の性能試験を効率的に行うことができる。

以上のようなコンビナトリアルコーティング装置を用い、各種成膜条件による膜の摩擦係数の変化の様子を調べた。図２は、基板温度を８通りに変化させて成膜した場合の摩擦係数の変化の様子を例示したものである。図３は、酸素分圧を８通りに変化させて成膜した場合の摩擦係数の変化の様子を例示したものである。さらには、基板温度と酸素分圧を変化させて成膜した場合の摩擦係数の変化の様子を調べることができた。このように、成膜条件を様々に変化させて成膜した薄膜を、それぞれ１回の真空排気プロセスで得ることができ、得られるコーティング膜の諸特性の評価やその成膜条件の最適化が簡便に行えた。

#### 産業上の利用可能性

この出願の発明によれば、スパッタ法などにおける様々な成膜条件を

精確に制御し、成膜条件の異なるコーティング膜を効率的に製造することができるコンビナトリアル成膜方法とその装置が提供される。

## 請求の範囲

1. 真空中に配置された基板に薄膜コーティングする方法において、2つ以上の基板を成膜位置または冷却位置に移動可能とし、1回の真空排気プロセスで、冷却位置の基板は冷却機構により冷却した状態で、コーティング対象基板のみを順次成膜位置に移動し、成膜することを特徴とするコンビナトリアル成膜方法。
2. 2つ以上の基板に対し、基板ごとに成膜条件を変化させて成膜することを特徴とする請求項1記載のコンビナトリアル成膜方法。
3. 2つ以上の基板は、回転機構により成膜位置または冷却位置に移動可能としていることを特徴とする請求項1または2記載のコンビナトリアル成膜方法。
4. 水冷または液体窒素冷却による冷却機構とすることを特徴とする請求項1ないし3いずれかに記載のコンビナトリアル成膜方法。
5. スパッタ法による成膜であって、1回の真空排気プロセスで、基板ごとに、スパッタガス圧力、スパッタガス種、分圧、スパッタパワー値、基板温度、基板－ターゲット間距離、サンプルバイアスのうちのいずれか1以上の成膜条件を変化させて成膜することを特徴とする請求項1ないし4いずれかに記載のコンビナトリアル成膜方法。
6. 真空中に配置された基板に薄膜コーティングするための装置であって、試料ホルダーは2つ以上の基板を保持可能で、かつ各基板を成膜位置または冷却位置に移動可能であって、1回の真空排気プロセスで、冷却位置の基板を冷却機構により冷却した状態で、コーティング対象基板のみを順次成膜位置に移動し、成膜することを特徴とするコンビナトリアル成膜装置。
7. 2つ以上の基板に対し、基板ごとに成膜条件を変化させて成膜することを特徴とする請求項6記載のコンビナトリアル成膜装置。
8. 2つ以上の基板は、回転機構により成膜位置または冷却位置に移

動可能であることを特徴とする請求項 6 または 7 記載のコンビナトリアル成膜装置。

9. 成膜位置の基板を 1000℃ 以上に加熱した場合であっても、冷却位置の基板は温度上昇の影響を 100 K 以内に抑制可能とされていることを特徴とする請求項 6 ないし 8 いずれかに記載のコンビナトリアル成膜装置。

10. 水冷または液体窒素冷却による冷却機構であることを特徴とする請求項 6 ないし 9 いずれかに記載のコンビナトリアル成膜装置。

11. スパッタ法による成膜のための装置であって、1 回の真空排気プロセスで、2 つ以上の基板に対して基板ごとに、スパッタガス圧力、スパッタガス種、分圧、スパッタパワー値、基板温度、基板－ターゲット間距離、サンプルバイアスのうちのいずれか 1 以上の成膜条件を変化させての成膜を可能とすることを特徴とする請求項 6 ないし 10 いずれかに記載のコンビナトリアル成膜装置。

12. スパッタガス圧を制御するためのバルブは、設定値になるようコンダクタンスを変化させるフィードバック機能が備えられていることを特徴とする請求項 11 記載のコンビナトリアル成膜装置。

13. 基板－ターゲット間距離は、直線導入機構により制御可能であることを特徴とする請求項 11 または 12 記載のコンビナトリアル成膜装置。

14. 真空排気機構として、ターボ分子ポンプが備えられていることを特徴とする請求項 6 ないし 13 いずれかに記載のコンビナトリアル成膜装置。

15. 鈴木式摩擦摩耗試験のための基板が装着可能であることを特徴とする請求項 6 ないし 14 いずれかに記載のコンビナトリアル成膜装置。

16. 試料ホルダーもしくはスパッタ源の位置が可変であって、冷却機構により冷却された基板に対して成膜可能とすることを特徴とする

請求項 6 ないし 15 いずれかに記載のコンビナトリアル成膜装置。

17. 2つ以上の試料を保持可能な回転機構を備えた試料ホルダーであって、非対象試料は冷却位置にて冷却機構により冷却し、対象試料のみを成膜位置にて温度制御可能とすることを特徴とする試料ホルダー。

18. 成膜位置の基板を 1000℃以上に加熱した場合であっても、冷却位置の基板は温度上昇の影響を 100 K以内に抑制可能とされていることを特徴とする請求項 17 記載の試料ホルダー。

19. 冷却機構は、水冷または液体窒素冷却によるものであることを特徴とする請求項 17 または 18 記載の試料ホルダー。

## 要 約 書

真空中に配置された基板に薄膜コーティングする方法において、2つ以上の基板は成膜位置または冷却位置に移動可能であって、1回の真空排気プロセスで、冷却位置の基板は冷却機構により冷却した状態で、コーティング対象基板のみを順次成膜位置に移動し、成膜条件を変化させて成膜することを特徴とするコンビナトリアル成膜方法とし、スパッタ法などにおける様々な成膜条件を精確に制御し、成膜条件の異なるコーティング膜を効率的に製造することができるコンビナトリアル成膜方法とその装置とする。

图 1

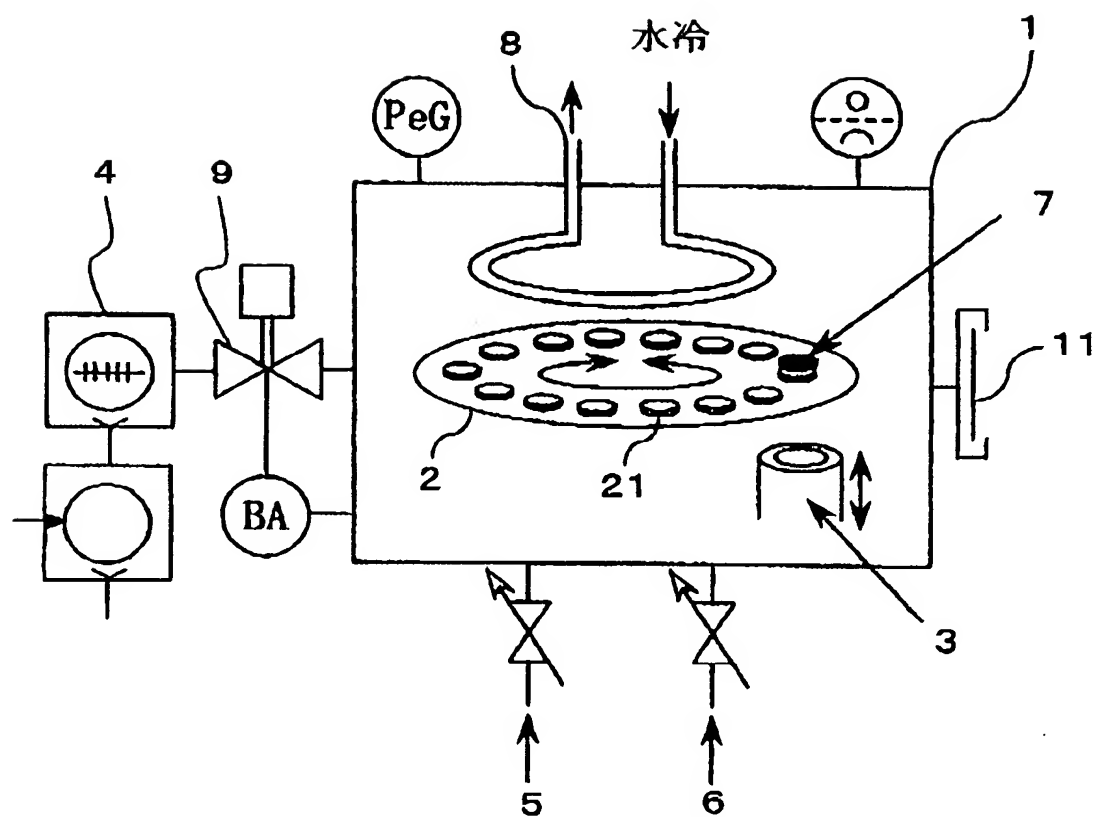




図 2

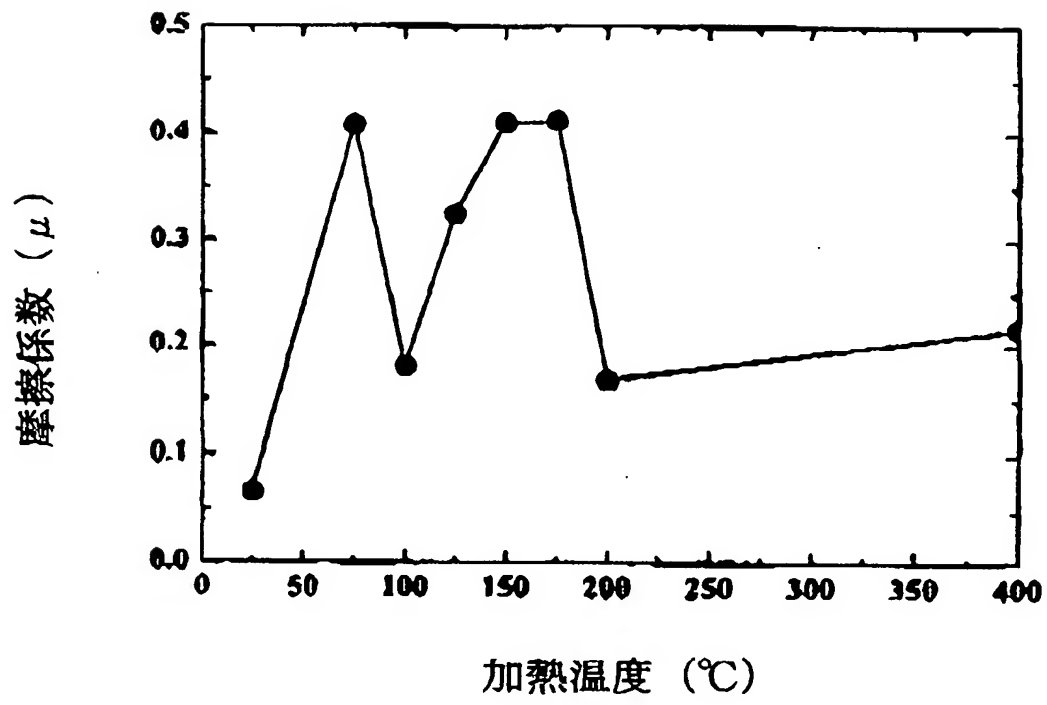


図 3

